
**Nanotechnologies — Caractérisation des
nanotubes en carbone monofeuillet par
analyse thermogravimétrique**

*Nanotechnologies — Characterization of single-wall carbon nanotubes
using thermogravimetric analysis*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 11308:2011](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21371bec-04b3-4db6-bd33-75c4f0eeac56/iso-ts-11308-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 11308:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21371bec-04b3-4db6-bd33-75c4f0eeac56/iso-ts-11308-2011)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21371bec-04b3-4db6-bd33-75c4f0eeac56/iso-ts-11308-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Termes abrégés	2
5 Principes de l'ATG.....	2
5.1 Mesurage.....	2
5.2 Réactions exothermiques et endothermiques	3
6 Échantillonnage.....	3
6.1 Choix du creuset	3
6.2 Taille de l'échantillon	3
6.3 Compactage de l'échantillon.....	4
7 Méthode d'essai	4
8 Interprétation des données et résultats.....	5
8.1 Généralités	5
8.2 Contenu non carboné	5
8.3 Constituants.....	5
8.4 Stabilité thermique	5
8.5 Homogénéité.....	6
8.6 Pureté.....	6
8.7 Qualité.....	6
9 Incertitudes	6
10 Rapport d'essai.....	7
Annexe A (informative) Études de cas.....	8
Annexe B (informative) Effets des paramètres de fonctionnement sur l'ATG.....	17
Bibliographie.....	20

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale, ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO/TS 11308 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies*.

Introduction

Les nanotubes de carbone monofeuillet (SWCNT) sont une forme de carbone allotropique qui présente des propriétés mécaniques, thermiques et électroniques uniques de par leur structure géométrique^{[1][2][3][4][5]}. Il existe plusieurs méthodes de synthèse des SWCNT, dont la vaporisation par laser pulsé, la décharge en arc, la dismutation du monoxyde de carbone sous haute pression et le dépôt chimique en phase vapeur^{[6][7][8]}. Ces procédés génèrent souvent un mélange hétérogène de SWCNT et d'impuretés qui imposent une purification post-synthèse. Parmi ces impuretés, on observe généralement d'autres formes du carbone, par exemple des fullerènes, du carbone amorphe, du carbone graphitique et des nanotubes de carbone multifeuillets (MWCNT), ainsi que des nanoparticules résiduelles de catalyseur métallique. La purification peut se faire par des procédés d'oxydation gazeuse, chimique et/ou thermique^{[9][10][11][12]}.

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est l'une des nombreuses techniques permettant d'évaluer les niveaux d'impureté dans des échantillons contenant des SWCNT sortant de synthèse ou de purification^{[14][15][16][17][18][19][20][21][22]}. L'ATG mesure les modifications de masse en fonction de la température et est largement utilisée pour évaluer la cinétique de réaction associée à la décomposition structurale, l'oxydation, la corrosion, l'adsorption/désorption d'humidité et au dégagement de gaz. En évaluant la cinétique de réaction pour un échantillon donné, la fraction relative des différents constituants présents peut être déterminée soit quantitativement, soit qualitativement. Pour les échantillons contenant des SWCNT, l'ATG sert généralement à quantifier le niveau d'impuretés non volatiles présentes (par exemple des particules de catalyseur métallique). L'ATG sert également à évaluer la stabilité thermique (un mesurage des types de carbone présents). Par contre, l'ATG seule ne peut quantifier de manière satisfaisante les fractions relatives des produits carbonés dans le matériau. C'est pourquoi, afin de réaliser une évaluation globale de la qualité et de la pureté d'un échantillon contenant des SWCNT, les informations obtenues de l'ATG sont utilisées en complément d'informations apportées par d'autres techniques analytiques.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21371bec-04b3-4db6-bd33-17309bec57/c41218-101>

Mais l'ATG sert également à contrôler le procédé et la qualité^[23] ainsi qu'à la caractérisation des MWCNT^{[24][25][26][27][28]} et des nanotubes de carbone ne contenant que quelques feuillets^[29].

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 11308:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21371bec-04b3-4db6-bd33-75c4f0eeac56/iso-ts-11308-2011>

Nanotechnologies — Caractérisation des nanotubes en carbone monofeuillet par analyse thermogravimétrique

1 Domaine d'application

La présente Spécification technique fournit les lignes directrices de caractérisation des échantillons contenant des SWCNT au moyen d'une ATG dans l'air. Elle donne des directives sur l'évaluation de la pureté des échantillons de SWCNT au moyen d'un mesurage quantitatif des niveaux d'impuretés non carbonées (c'est-à-dire le catalyseur métallique, dans le matériau).

En outre, cette technique peut fournir une évaluation qualitative de la stabilité thermique et de l'homogénéité de l'échantillon contenant des SWCNT. Pour confirmer la présence des nanotubes de carbone monofeuillet et pour vérifier la composition des impuretés métalliques, d'autres techniques de caractérisation sont nécessaires.

2 Références normatives

Le document de référence suivant est indispensable pour l'application du présent document. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21371bec-04b3-4db6-bd33-75c40ccac50/iso-ts-11308-2011>

ISO/TS 80004-3, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 3: Nano-objets en carbone*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO/TS 80004-3 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

température d'oxydation principale

température à laquelle se manifeste le pic le plus pointu sur la dérivée de la courbe thermogravimétrique

3.2

stabilité thermique

température à laquelle le principal composant carboné s'oxyde dans l'air (c'est-à-dire une atmosphère contenant de l'oxygène), représentée par la température d'oxydation principale

3.3

homogénéité

mesure de l'uniformité de distribution des constituants (nanotubes et impuretés) au sein des SWCNT dans un échantillon de taille importante, par détermination répétée sur de plus petits échantillons par ATG

3.4

constituants

divers composants présents dans l'échantillon contenant des SWCNT

NOTE Un échantillon contenant des SWCNT inclut souvent différents matériaux carbonés et non carbonés et est identifié par ses pics d'oxydation sur la courbe d'ATG, ainsi que par sa masse résiduelle.

3.5 monotype

qualificatif d'un matériau composé d'un seul type de nanomatériau carboné

NOTE Un échantillon classique se compose de plusieurs types de nanomatériaux carbonés, dont du carbone amorphe, des fullerènes, des SWCNT et des MWCNT.

3.6 pureté

mesure de la fraction (pourcentage massique ou fraction massique) de SWCNT dans un échantillon donné

NOTE L'ATG seule ne peut pas quantifier de manière satisfaisante les fractions relatives des produits carbonés, individuellement ou dans leur ensemble, dans un matériau. Elle permet cependant de déterminer le niveau d'impuretés non volatiles (c'est-à-dire le catalyseur métallique), qui est un élément de la pureté.

3.7 qualité

mesure du degré d'excellence global du SWCNT, établi d'après le niveau des impuretés et le niveau d'imperfections structurales ou les défauts de la structure cristalline (intégrité structurale)

NOTE 1 L'ATG peut aider à évaluer la qualité de SWCNT en indiquant sa masse résiduelle et sa température d'oxydation.

NOTE 2 Un SWCNT peut avoir un haut degré de pureté (c'est-à-dire une fraction massique nette de 100 %), mais présenter certains nanotubes très endommagés, à tel point que ses propriétés physiques en sont modifiées, voire annihilées; ce qui détériore la qualité des SWCNT.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Termes abrégés

- ATG analyse thermogravimétrique [ISO/TS 11308:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21371bec-04b3-4db6-bd33-7541e9a76f0a/iso-ts-11308-2011)
- CTG courbe thermogravimétrique ou courbe de perte de masse <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21371bec-04b3-4db6-bd33-7541e9a76f0a/iso-ts-11308-2011>
- DCTG dérivée de la courbe thermogravimétrique ou dérivée de la courbe de perte de masse
- T_{ox} température d'oxydation
- T_{ox}' température d'oxydation principale
- m_{res} masse résiduelle de l'échantillon après chauffage
- ATD analyse thermique différentielle
- ACD analyse calorimétrique différentielle

5 Principes de l'ATG

5.1 Mesurage

Lorsqu'un échantillon contenant des SWCNT est soumis à des températures élevées en présence d'air, les espèces carbonées qu'il contient s'oxydent en composés gazeux tels que CO ou CO₂. Ce qui reste de l'échantillon est composé des constituants non volatils qui sont pour la plupart des impuretés métalliques.

En principe, l'ATG mesure la perte de masse d'un matériau en fonction de la température lorsqu'il est chauffé. Elle réclame donc un mesurage précis de la masse, de la température et de la variation de température. La perte de masse d'un matériau est liée à sa composition. La perte de masse par rapport à l'augmentation de température peut provenir de l'élimination d'eau adsorbée, de résidus de solvant, de parties chimiquement liées et/ou de la décomposition du produit. Seule, l'ATG ne permet pas d'identifier les composants volatils; toutefois, cette information peut être obtenue au moyen d'un autre équipement analytique tel qu'un spectromètre de masse ou un spectromètre à infrarouges. Concernant les SWCNT, l'ATG ne permet pas à elle seule d'identifier les différentes formes du carbone présentes dans le matériau. Elle peut cependant donner une mesure quantitative des produits non volatils et de la température à laquelle les espèces carbonées s'oxydent.

5.2 Réactions exothermiques et endothermiques

Nombre de matériaux peuvent subir des transitions dans lesquelles de la chaleur est absorbée ou perdue sans que leur masse ne change. Ce genre de cas se traduit par des différences de température entre l'échantillon et une référence. Plus d'un système d'ATG est équipé pour fonctionner en mode ATD ou ACD, ce qui permet d'obtenir des informations sur ces transitions. Des échantillons contenant des SWCNT à morphologie particulière ont montré des réactions de combustion se concluant par un brûlage rapide du matériau qui peut être catalysé par des métaux résiduels.

6 Échantillonnage

6.1 Choix du creuset

Le type et la taille du creuset varient en fonction du type d'instrument employé. Hors les limites imposées par l'équipement, il n'existe aucune restriction sur la taille du creuset tant qu'elle permet de recueillir la quantité nécessaire de SWCNT. Les creusets de grande taille permettent de recueillir les SWCNT sans les compacter, ce qui est souhaitable, mais risquent de ne pas pouvoir être logés dans tous les instruments. Sur la plage de températures expérimentales utilisées, les creusets en aluminium comme ceux en platine sont acceptables. Les creusets en aluminium sont recommandés car ils sont moins susceptibles de catalyser une oxydation des SWCNT et donc de générer des erreurs. Il est recommandé de préconditionner les creusets en les chauffant au moins à 1 000 °C dans une atmosphère oxygénée afin d'éviter les erreurs dues à l'oxydation du matériau du creuset lors de l'analyse de l'échantillon.

6.2 Taille de l'échantillon

Le type des SWCNT (bruts ou purifiés) est l'élément qui détermine le choix de la taille de l'échantillon. Les matériaux bruts peuvent être plus difficiles à loger dans les creusets à cause de leur masse volumique apparente plus faible, tandis que les matériaux purifiés sont plus denses en raison du compactage lié au processus de purification. Si l'échantillon est trop volumineux (de par sa densité apparente faible) pour le creuset d'ATG, il est possible de la compacter légèrement avec une spatule pour faire tenir 3 mg d'échantillon dans le creuset.

Voir 6.3 pour plus de renseignements sur le compactage d'échantillon. La littérature fournit davantage de détails sur l'échantillonnage, voir Référence [30].

Dans tous les cas, l'échantillonnage nécessite

- a) une masse minimale de l'échantillon de 3 mg, et
- b) de peser les échantillons à température ambiante sur une microbalance.

6.3 Compactage de l'échantillon

Le compactage d'échantillon au moyen d'une presse est une méthode courante de préparation des échantillons pour les mesurages d'ATG et d'ACD. Les effets du compactage à haute pression des échantillons de SWCNT ont été étudiés^[31] et il a été découvert que le compactage dans une matrice à pastille de KBr (couramment utilisée dans la préparation d'échantillons pour la spectroscopie à infrarouges) peut influencer sur les températures d'oxydation sans avoir d'impact sur les valeurs de masse résiduelle. B.3 fournit les dispositions nécessaires concernant les détails du compactage.

Concernant le compactage, les règles suivantes s'appliquent:

- a) ne pas employer un compactage de l'échantillon sous haute pression, comme avec une matrice à pastille;
- b) un tassement léger en pressant faiblement avec une spatule est une méthode acceptable.

7 Méthode d'essai

Le mode opératoire suivant constitue les exigences minimales pour obtenir des données d'ATG permettant une caractérisation fiable des SWCNT.

- a) Avant d'effectuer des mesurages, étalonner l'instrument d'ATG pour la température et la masse selon les instructions de son fabricant. Il convient que la microbalance autonome soit également étalonnée selon les instructions de son fabricant.
- b) Mesurer une quantité appropriée de SWCNT. Premièrement tarer un creuset vide sur la balance d'ATG et sur la microbalance, à température ambiante. Peser et noter un minimum de 3 mg de SWCNT sur la microbalance. Transférer le matériau sur la balance de l'ATG et noter la masse après fermeture du four. Les masses de tare et d'échantillon doivent être notées lorsque de l'air circule dans l'instrument.

NOTE Il est recommandé de placer la microbalance à proximité de l'instrument d'ATG, afin de réduire au maximum la perte de matériau lors du transfert.

- c) Régler la plage de températures du balayage de l'ATG de la température ambiante jusqu'à 900 °C.

NOTE Cette température maximale de 900 °C assure une combustion complète de tous les matériaux carbonés de l'échantillon, vu que les SWCNT et le carbone graphitique ne peuvent s'oxyder qu'au-dessus de 800 °C.

- d) Régler la montée en température du balayage d'ATG sur un rythme continu de 5 °C/min jusqu'à la température maximale de 900 °C.

NOTE La vitesse d'échauffement peut avoir un effet prononcé sur les valeurs mesurées de la température d'oxydation et de la masse résiduelle, ainsi que sur leurs écarts-types. Les observations montrent que ce rythme de 5 °C/min produit des mesures cohérentes et fiables, en même temps qu'une durée d'analyse acceptable. Voir l'Annexe B pour plus de détails.

- e) Régler le débit d'air dans le four à $1,67 \times 10^{-3}$ l/s (100 ml/min ou 100 sccm).

NOTE 1 L'unité conventionnelle pour le débit d'ATG est le centimètre cube normalisé par minute (sccm), qui correspond à 1 ml/min.

NOTE 2 Il s'agit là du débit recommandé, mais il peut être modifié pour le meilleur débit pour la structure de l'instrument en question. L'important étant que le débit permette une vitesse de combustion optimale tout en réduisant les effets de flottation.

- f) Réaliser des balayages d'ATG pour au moins 3 échantillons différents.

NOTE Bien que plus il y a de données, plus la dispersion des points de donnée est réduite, 3 balayages fournissent tout de même des données fiables dans un temps raisonnable.

- g) Noter la masse résiduelle, m_{res} , pour chaque balayage à température ambiante, déterminée indépendamment sur l'appareil d'ATG, puis sur la microbalance.
- h) Noter la température d'oxydation, T_{ox} , pour chaque pic d'un balayage. La T_{ox} globale pour chacune des espèces selon la courbe d'ATG est déterminée depuis la moyenne des 3 balayages. La T_{ox} pour les espèces en question est alors consignée comme la valeur moyenne plus et moins l'écart-type. L'Annexe A fournit des détails supplémentaires sur la détermination de la température d'oxydation.

8 Interprétation des données et résultats

8.1 Généralités

Des directives pour l'interprétation des courbes d'ATG ainsi que le type d'informations servant à évaluer les SWCNT sont données de 8.2 à 8.7.

8.2 Contenu non carboné

Le contenu non carboné d'un échantillon contenant des SWCNT est évalué via les valeurs de m_{res} . Ces valeurs proviennent à la fois des données d'ATG et d'une microbalance. Sur la courbe TG, la m_{res} correspond à la masse à 800 °C. Cette valeur est comparée à la masse annoncée par la microbalance pour déterminer une variance entre les mesures qui peut résulter d'effets de flottation dus au flux d'air. La m_{res} peut être exprimée soit sous forme de cette masse restante, soit sous forme d'un pourcentage restant de la masse d'origine. Pour déterminer la teneur non carbonée, la m_{res} sera exprimée sous forme de pourcentage massique. Pour la m_{res} , la moyenne avec l'écart-type d'au moins trois mesures d'ATG doivent être consignés.

NOTE La détermination du contenu non carboné à partir de la m_{res} peut ne pas être précise du fait que certains composants s'oxydent et entraînent ainsi une perte ou une augmentation de masse. Elle donne cependant une bonne approximation de la contribution globale des impuretés non carbonées dans le SWCNT (voir A.2.2).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21371bec-04b3-4db6-bd33->

Il est recommandé à l'opérateur de vérifier la stabilité à l'oxydation des métaux utilisés comme catalyseurs; de préférence par une ATG à des vitesses d'échauffement identiques pour tous les débits d'air. Ces mesures permettront de déterminer si la m_{res} correspond aux métaux, aux oxydes de métaux ou à un mélange des deux.

8.3 Constituants

Les échantillons contenant des SWCNT peuvent inclure de nombreux constituants, dont différentes formes du carbone comme les fullerènes, du carbone amorphe et des nanotubes de carbone multifeuillets. La détermination de la nature de ces nombreux constituants peut se faire d'après les données d'ATG, par l'observation des pics d'oxydation sur la courbe DTG^[32]. Bien qu'il soit difficile d'affecter une forme précise du carbone à un pic d'oxydation particulier, il est généralement convenu que plusieurs pics traduisent la présence de types de carbone différents (voir A.3).

NOTE L'ATG permet également de distinguer les SWCNT des nanotubes double feuillets et des MWCNT pour des échantillons relativement purs^[33].

8.4 Stabilité thermique

La stabilité thermique d'un échantillon de SWCNT est la température à laquelle la plus forte proportion de contenu carboné s'oxyde. Elle est déduite de la T_{ox} principale (voir A.4). La stabilité thermique est la moyenne des T_{ox} principales d'au moins trois passages en ATG avec l'écart-type. Si la T_{ox} principale est très inhomogène ou dispersée entre les différents passages en ATG, elle doit être qualifiée d'«indéfinissable».

8.5 Homogénéité

L'homogénéité des SWCNT est établie par ATG d'après la circonscription, la stabilité thermique et la dispersion des valeurs de T_{ox} et m_{res} de plusieurs passages (voir A.5). Un matériau n'est considéré homogène que si toutes les conditions données de a) à c) sont remplies. Les données d'ATG de plusieurs passages

- a) produisent des ensembles de pics d'oxydation identiques (même circonscription),
- b) présentent des T_{ox} principales similaires (stabilité thermique) d'un passage à l'autre, et
- c) présentent des valeurs de T_{ox} et m_{res} avec un écart type réduit (voir Annexe A).

Un matériau satisfaisant à toutes les exigences énoncées de a) à c) est considéré avoir une bonne homogénéité. Si aucune de ces conditions n'est remplie, le matériau est décrit comme ayant une mauvaise homogénéité. Si au moins une condition est remplie, l'homogénéité du matériau est considérée comme modérée.

8.6 Pureté

La pureté d'un SWCNT est déterminée d'après la fraction massique de SWCNT dans le matériau. L'ATG ne permet une estimation de la pureté qu'en fonction des impuretés non carbonées, via la valeur m_{res} . Un matériau aux valeurs résiduelles plus basses est par conséquent considéré plus pur en matière d'impureté non carbonées. Pour définir clairement la pureté globale d'un matériau, les résultats d'ATG doivent être couplés à des informations provenant d'autres techniques (voir A.6).

8.7 Qualité

Comme pour l'évaluation de pureté, l'évaluation de la qualité d'un SWCNT est également limitée dans une ATG. Toutefois, certaines caractéristiques du matériau (telles que sa pureté, son homogénéité) nécessaires à la détermination de sa qualité peuvent être identifiées par ATG.

Un matériau dont les données d'ATG présentent des valeurs de m_{res} basses et une forte homogénéité (des données d'ATG reproductibles d'un passage à l'autre), est un matériau apparemment de bonne qualité selon l'ATG. Un matériau ne remplissant aucune de ces conditions est de mauvaise qualité d'après l'ATG. La qualité réelle ne peut être déterminée qu'en croisant ces résultats avec des informations d'autres techniques analytiques.

9 Incertitudes

L'incertitude peut se manifester dans le mesurage exact du contenu non carboné d'un échantillon contenant des SWCNT. Les éléments non carbonés généralement retrouvés dans les matériaux bruts peuvent réagir à haute température pour former des carbures ou des oxydes non volatils. Dans ce cas, la mesure de m_{res} sera supérieure à la masse réelle du contenu non carboné.

D'autre part, certains éléments non carbonés peuvent réagir pour former des oxydes volatils; auquel cas la m_{res} peut être inférieure au contenu non carboné réel.

Enfin, sur les passages en ATG pour des nanotubes propres [teneur résiduelle en cendre minimale après passage en ATG (moins de 10 %)], la m_{res} est parfois négative, principalement à cause de la mauvaise précision de la balance d'ATG. Ceci peut se produire même après l'étalonnage de l'instrument. La stabilité de l'instrument sur le long terme (sur un passage de plus de 3 h) peut être de 20 µg à 40 µg; ce qui représente 1 % à 2 % d'un échantillon de 3 mg.